

مهندسی متالورژی و مواد

https://jmme.um.ac.ir/

بررسی تجربی رفتار حرارتی و مکانیکی کامپوزیت واکنشی Al-Ni سنتز شده به روش آسیاب مکانیکی*

مقاله پژوهشی

علی علیزاده[1]　　　　مهدی عبدالهی آذغان[2]

DOI: 10.22067/jmme.2022.76226.1049

چکیده *کامپوزیت‌های واکنشی گروه جدیدی از مواد کامپوزیتی هستند که از دو یا چند ماده فلزی تشکیل شده‌اند؛ به‌طوری‌که در شرایط محیط قادر به اشتعال یا انفجار نیستند ولی در اثر شوک، بارهای ضربه‌ای شدید و افزایش دما، قابلیت آزادسازی انرژی زیادی را دارند. هدف از این تحقیق، بررسی تأثیر تغییر درصد ذرات بر ریزساختار، خواص حرارتی و مکانیکی کامپوزیت Al-Ni است. به این منظور، ترکیب Al-Ni با نسبت‌های مولی ۲ به ۱، ۱ به ۱ و ۱ به ۳ آسیاب و مخلوط شدند. سپس نمونه‌ها پرس سرد شده و در دمای ۴۰۰ °C به مدت یک ساعت تحت اتمسفر گاز خنثی زینتر شدند. ریزساختار به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM) آنالیز شد. برای بررسی خواص حرارتی و مکانیکی به ترتیب از آزمون‌های DTA و احتراق و فشار و هاپکینسون استفاده شد. در آزمون احتراق بیشترین حرارت آزاد شده مربوط به نمونه با نسبت ۱ به ۱ بود که به علت آن تشکیل فراورده AlNi است. در آزمون فشار و هاپکینسون بیشترین استحکام فشاری مربوط به نمونه با نسبت ۱ به ۱ و به ترتیب ۲۰۸/۷ MPa و ۳۰۹/۷ بود. همچنین نتایج نشان داد با افزایش نرخ کرنش از ۰/۰۱ s^{-1} (در آزمون فشار) به ۱۰۰۰ s^{-1} (در آزمون هاپکینسون) استحکام فشاری افزایش می‌یابد.*

واژه‌های کلیدی کامپوزیت‌های واکنشی، خواص فشاری، خواص حرارتی، آلیاژسازی مکانیکی.

Experimental Investigation Thermal and Mechanical Behavior of Ni/Al Reactive Composites Synthesized by Mechanical Alloying

Ali Alizadeh[1]　　　　Mehdi Abdollahi Azghan[2]

Abstract *Reactive composites are a new group of composite materials consisting of two or more metal materials that can not ignite or explode in the environment but can release a lot of energy due to shock and severe impact loads. This study aimed to investigate the effect of the ratio of constituent particles on the microstructure and thermal and mechanical properties of the Al-Ni composite. For this purpose, the Al-Ni compound with 2:1, 1:1 and 3:1 molar ratios was milled and mixed. Then the samples were cold pressed and sintered at 400 °C under argon atmosphere for one hour. The microstructure of samples was analyzed by microstructure field emission scanning electron microscopy (FESEM) and XRD. For the investigation of thermal and mechanical properties, DTA and ignition tests and compression and Hopkinson tests were used respectively. In the ignition test, due to the AlNi product, the highest value of heat released was related to a sample with 1:1 Al:Ni molar ratio. In the compression and Hopkinson tests, the highest values of compressive strength were 208.7 and 309.7 Mpa respectively, which belong to a 1:1 Al:Ni molar ratio. Also, the results showed that the compressive strength increased by changing the strain rate from 0.01 s^{-1} (in the pressure test) to 1000 s^{-1} (in the Hopkinson test).*

Key Words: Reactive composites, Compressive properties, Thermal properties, Mechanical alloying.

* تاریخ دریافت مقاله ۱۴۰۱/۱/۲۶ و تاریخ پذیرش آن ۱۴۰۱/۷/۲۹ می‌باشد.

(۱) نویسنده مسئول: استادیار، مهندسی مواد، دانشگاه مالک اشتر، تهران .

(۲) استادیار، مهندسی مواد، دانشگاه مالک اشتر، تهران .

Email: a_alizadeh@mut.ac.ir

مقدمه

مواد پرانرژی که به‌صورت معمول مورد استفاده قرار می‌گیرد ترکیب‌های تک‌مولکولی هستند که TNT (Trinitrotoluene) و RDX (Royal Demolition Explosive) از مهم‌ترین این مواد انفجاری می‌باشند. انرژی تولید شده این مواد پرانرژی توسط آنتالپی واکنش محدود می‌شود [1,2]. همچنین چگالی انرژی تولید شده در اثر احتراق این نوع مواد نسبتاً پایین و سرعت احتراق آن به‌صورت لحظه‌ای است. مواد واکنشی ساختاری (Reactive Structural Materials)(RSM) گروه جدیدی از مواد کامپوزیتی که متشکل از دو یا چند ماده فلزی با ذرات سرامیک اکسیدی هستند که در شرایط محیط قادر به اشتعال یا انفجار نیستند ولی در اثر شوک و بارهای ضربه‌ای شدید، قابلیت آزادسازی انرژی زیادی را دارند. مقدار و نرخ انرژی آزاد شده نقش مهمی در افزایش اثر تخریب مهمات دارد. به دلیل این خصوصیات ویژه، این مواد قابلیت استفاده بالقوه در کاربردهای نظامی مانند ترکش‌ها و زره‌های واکنش‌پذیر و گلوله‌های واکنشی را دارند. گرمای قابل توجه حاصل از واکنش‌های شیمیایی، مانند اکسیداسیون، تشکیل فازهای بین فلزی و واکنش‌های ترمیت معمولاً باعث افزایش انرژی گرمایی آزاد شده آنها شده و منجر به آسیب ثانویه (سوختگی در اثر حرارت ناشی از واکنش گرمازا) قابل توجهی می‌شود. RSM براساس فلزاتی ساخته می‌شوند که اکسیداسیون و یا فلوئوراسیون آنها با انرژی آزاد شده بالایی رخ دهد. آلومینیوم (Al)، منیزیم (Mg)، تیتانیوم (Ti) و زیرکونیم (Zr) از جمله مواد مورد نظر است. اولین RSMهایی که در تحقیقات یافت می‌شود ترکیب Al-PTFE (Polytetrafluoroethylene) است که به علت فرایند فلوئوراسیون انرژی بسیار زیادی در مقایسه با اکسیداسیون آزاد می‌کند [3,4]؛ اما به دلیل استفاده از مواد پلیمری خواص مکانیکی خوبی ارائه نمی‌دهد. بعد از آن ترکیب می‌توان به معروف‌ترین آنها یعنی Al-Ni اشاره کرد که در این نوع مواد واکنشی، انرژی آزاد شده حاصل از تشکیل ترکیب‌های بین‌فلزی است که درصورت عدم وجود اکسیژن کافی نیز می‌تواند انرژی آزاد کند. تحقیقات بسیاری در مورد این ترکیب انجام شده است که علت آن خواص مکانیکی مناسب و حساسیت به ضربه پایین است.

RSMها با توانایی آزاد کردن انرژی با احتراق بسته به شرایط خاص، امکان کاربردهای متفاوتی را به غیر از مواد منفجره یا مواد آتش‌زا را فراهم می‌کنند. ویژگی‌های شروع واکنش، آزادسازی انرژی و خواص این مواد را می‌توان براساس متغیرهایی مانند توزیع حجمی واکنش‌دهنده‌ها، چگالی مواد، نوع سیستم مواد، روش ساخت، روش شکل‌دهی و... خواص تغییر داد [3,5].

وو و همکاران [6] تأثیر افزودن پودر Ni بر خواص مکانیکی و حرارتی کامپوزیت Al-PTFE را مورد مطالعه قرار دادند. آنها مشـــاهده کردند افزودن Ni به کامپوزیت Al-PTFE ابتدا باعث افزایش خواص مکانیکی کامپوزیت و سپس کاهش آن می شود. همچنین نشـــان دادند کامپوزیت Al-Ni در حین آزمون حرارتی ۹۹۱/۹ J/g انرژی آزاد می‌کند که ۱۲/۵ برابر بیشتر از انرژی آزاد شده در نمونه Al-PTFE است.

ژانگ و همکاران [7] تأثیر روش‌های آلیاژسازی آسیاب مخلوطی (TM) (Turbula Mixing) ، آسیاب سایشی (AM) (Attritor Mill) و آسیاب سیاره‌ای (PM) (Planetary Mill) بر ریزساختار و خواص حرارتی را برای Al-Ni با نسبت ۳ به ۱ مورد مطالعه قرار دادند. نویسندگان نمونه‌های تهیه شده بعد از آسیاب و قبل از پرس و زینتر (RM) و بعد از آن (RSM) را تحت آزمون حرارتی قرار دادند. در نتیجه، ریزساختار پودر TM شکل اصلی پودر خام Al و Ni را نشان داد. ریزساختار پودر AM به‌طور قابل توجهی متفاوت با شکل پودر خام بود. به‌طور خاص، شکل سوزن پودر خام Ni ناپدید و شکل کلی نیز کشیده‌تر شد. بیشتر دانه‌ها به‌صورت اندازه زیر میکرون رسیدند. در روش PM، شکل اصلی ماده خام کاملاً از بین رفته و ریزساختار نانو لایه در سراسر نمونه مشاهده شد. همچنین آنالیز DSC برای تجزیه و تحلیل ویژگی‌های حرارتی پودرهای RM و قرص‌های RSM با تغییر ریزساختار را نیز انجام دادند. منحنی گرمازایی در پودر PM بسیار وسیع‌تر از پودر TM و پودر AM بود. دمای شروع واکنش پودر PM حداقل ۲۰۰ درجه کمتر از سایر پودرها است که علت آن کاهش اندازه دانه پودرها است. گرمای تشکیل کل به ترتیب برای پودر TM، ۷۲۰ J/g، پودر AM، ٦۳۰J/g و پودر PM، ٥٤۰J/g گزارش شد.

رِن (Ren) و همکاران [8] سه ترکیب متفاوت از تنگستن– زیرکونیم– زیرکونیم هیدرید ساخته و تحت آزمون‌های حرارتی و مکانیکی قرار دادند. تمامی نمونه‌ها استحکام فشاری بالای ۱۰۲۲ MPa را نشان دادند. نمونه Zr-W بیشترین استحکام فشاری (۱۸۸۰ MPa) را ارائه داد. همچنین آن‌ها دریافتند Zr به دلیل واکنش با هوا، استحکام، سطح انرژی و چگالی بالا در کامپوزیت-های واکنشی بسیار مفید خواهد بود.

ژانگ و همکاران [9] تأثیر افزودن پودرهای Cu و PTFE به

اندازه ۱۰ درصد حجمی بر ریزساختار، خواص حرارتی و مکانیکی کامپوزیت Al-Ni با نسبت یکسان را مورد بررسی قرار دادند. نتایج نشان داد حضور ذرات Cu و PTFE باعث افت خواص مکانیکی و حرارتی کامپوزیت می‌گردد. البته وجود پودر PTFE حساسیت به ضربه را افزایش داده و باعث می‌شود نمونه در شوک‌های ضربه‌ای پایین نیز شروع به واکنش شیمیایی کند.

هو و همکاران [10] تأثیر افزودن ذرات Ni با درصدهای مختلف بر رفتار حرارتی و مکانیکی کامپوزیت‌های Al-PTFE با نسبت ۱ به ۳ را مورد بررسی قرار دادند. نتایج نشان داد در نمونه Al-PTFE سه پیک گرماگیر و یک پیک گرمازا وجود دارد که میزان انرژی آزاد شده ۷۹/٦ J/g است و این نمونه در دمای C° ۵۲۰، ٦٦ درصد وزن خود را از دست می‌دهد که علت آن تجزیه PTFE است. در نمونه Al-Ni یک پیک گرمازا وجود دارد که میزان انرژی آزاد شده به ۹۹۱/۹ J/g می‌رسد و تغییر وزنی با افزایش دما در آن دیده نمی‌شود [10]. خواص فشار شبه استاتیک برای ٦ نمونه Al-Ni-PTFE نشان می‌دهد بیشترین میزان تنش مربوط به نمونه حاوی ۱۰ درصد وزنی Ni است. افزودن نیکل رفتار کامپوزیت را تردتر می‌کند و این اتفاق باعث می‌شود تمامی خواص مکانیکی به غیر از کرنش شکست و مدول سختی رفتار صعودی از خود نشان دهند.

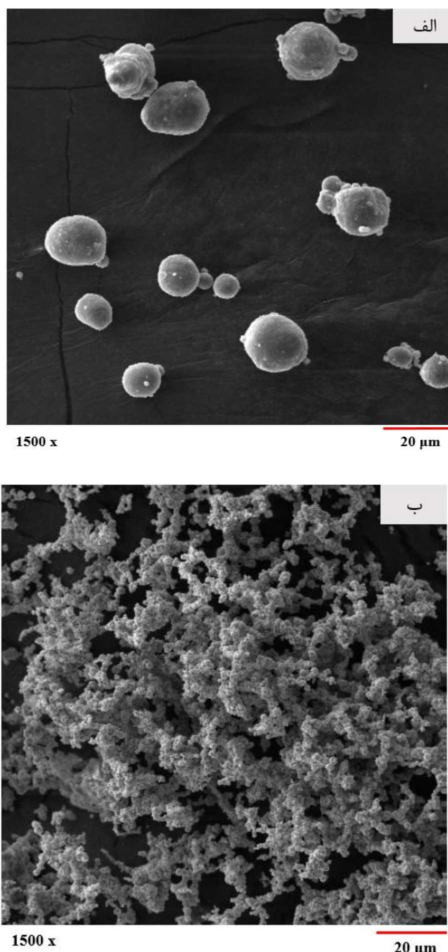
هادجی (Hadji) و همکاران [11] تأثیر مدت زمان آسیاب بر ریز ساختار و خواص حرارتی را مورد مطالعه قرار دادند. بعد از ۱۰ ساعت راندمان آسیاب بیشتر شده و نیکل نیز ساختار ریز به خود می‌گیرد به‌طوری‌که لایه‌های نیکل و آلومینیوم در کنار هم قرار می‌گیرند. بعد از ۲۰ ساعت، ساختار تغییرات زیادی کرده است و به تکه‌های غنی از نیکل تبدیل شده‌اند. در آزمون سوزش، با افزایش زمان آسیاب تا ۱۰ ساعت مدت زمان سوزش کاهش پیدا می‌کند به‌طوری‌که برای زمان‌های ۵، ۷ و ۱۰ ساعت زمان سوزش ۲۰، ۱۷ و ٤/۲۵ ثانیه ثبت شد؛ اما در برای زمان ۲۰ ساعت آسیاب فقط قسمتی از نمونه دچار سوزش شد. بررسی آنالیز حرارتی برای زمان‌های مختلف نشان داد تعداد پیک‌های آزمون DTA بعد از ۱۰ ساعت آسیاب بیشتر از زمان‌های دیگر است.

مواردی که استفاده از کامپوزیت‌های واکنشی را به‌طور گسترده محدود می‌کند خواص مکانیکی و حرارتی ضعیف این نوع مواد است. به عنوان مثال استفاده از پلیمرها (مانند PTFE) خواص مکانیکی را به شدت کاهش می‌دهد و یا استفاده Zr و W به علت چگالی بالا، وزن زیاد در یک حجم مشخص را منجر می‌شود. بهبود عملکرد این خواص در دهه اخیر بسیار مورد بحث و مطالعه قرار گرفته است اما هنوز پیشرفت چشم‌گیری رخ نداده است. بر این اساس، نوآوری تحقیق حاضر نسبت به تحقیقات پیشین، بررسی ریزساختار، خواص حرارتی و مکانیکی نمونه‌های واکنشی برای درصدهای مختلف از Al و Ni و همچنین بهبود رفتار حرارتی و مکانیکی این نوع مواد است.

بخش تجربی

مواد

در تحقیق حاضر، پودرهای Al (کروی، ۲۰ میکرون، خلوص ۹۹/۹%) و Ni (سوزنی، ۱۰ میکرون، خلوص ۹۹/۹%) با نسبت‌های مولی Al به Ni ۲:۱، ۱:۱، ۱:۳ مورد استفاده قرار گرفتند. شکل (۱) تصاویر FESEM از ذرات Al و Ni را نشان می‌دهد.



شکل ۱ تصاویر FESEM حاصل از ذرات الف) Al و ب) Ni

ساخت کامپوزیت‌ها

پودرهای Al و Ni با نسبت‌های مولی Al به Ni ۲:۱، ۱:۱، ۱:۳ در مدت زمان ٦ ساعت با سرعت ٤۳۰ دور بر دقیقه با نسبت گلوله به پودر ۲۰:۱ تحت اتمسفر آرگون آسیاب سایشی شدند. همچنین برای جلوگیری از جوش سرد اضافی در حین عملیات آسیاب، ۲ درصد وزنی استئاریک اسید به‌عنوان عامل کنترل‌کننده فرایند (Process Control Agent (PCA)) مورد استفاده قرار گرفت. پس از فرایند آسیاب، برای آزمون مکانیکی ابتدا پودرها در یک قالب با قطر یک سانتی‌متر تحت فشار ۱٤۰۰ MPa به مدت ۱۰ دقیقه فشرده شدند. سپس قرص‌های حاصل از پرس سرد، در کوره با نرخ گرمایش ۱۰ K/min در دمای ٤۰۰ °C به مدت ۱ ساعت تحت اتمسفر گاز آرگون خلوص بالا زینتر شدند. از طرفی برای آزمون احتراق، نمونه‌های قرصی شکل با قطر ۳ cm و ضخامت ۱ mm تنها تحت فشار ۵۰۰ MPa به مدت ۵ دقیقه پرس سرد شدند. در تحقیق حاضر متغیرهای موجود مانند مدت زمان، سرعت و نسبت گلوله به پودر آسیاب و شرایط پرس و زینتر با استفاده از مقالات موجود و تجارب گذشته انتخاب شدند.

جدول ۱ شماره نمونه و نسبت مولی ذرات تشکیل دهنده

شماره نمونه	نسبت مولی	
	Al	Ni
۱	۲	۱
۲	۱	۱
۳	۱	۳

آزمون حرارتی

به منظور بررسی رفتار حرارتی نمونه‌های واکنشی، از آنالیز حرارتی هم‌زمان (Simultaneous Thermal Analyzer) (DTA) مدل STA 504 برای بررسی واکنش‌های گرماده و گرمازا در کامپوزیت‌ها استفاده شد. این آزمون از دمای محیط (۲۵ °C) تا ۸۰۰ °C با نرخ حرارت‌دهی ۱۰ K/min تحت اتمسفر گاز آرگون خلوص بالا درون بوته آلومینایی انجام شد. همچنین آزمون احتراق نیز روی نمونه‌ها انجام شد. در این آزمون اشتعال نمونه‌ها توسط شعله گاز پروپان انجام گرفت و جهت ثبت سرعت سوزش از دوربین سرعت‌بالا ۱۰۰۰ فریم بر ثانیه (CASIO) و دمای نمونه حین مشتعل‌شدن از پیرومتر دمابالا استفاده شد.

آزمون مکانیکی

به‌منظور بررسی خواص مکانیکی نمونه‌های زینتر شده، آزمون فشار شبه استاتیکی به وسیله دستگاه سنتام (SANTAM) و با سرعت ۰/٦ mm/min بر اساس استاندارد ASTM E9 انجام گرفت. همچنین برای آزمون فشار کرنش بالا از دستگاه میله اسپلیت هاپکینسون فشاری (SHPB) (Split Hopkinson Pressure Bar) استفاده شد.

بررسی ریزساختار

ریزساختار کامپوزیت‌ها به‌وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) (Field Emission Scanning Electron Microscopy) مدل TESCAN MIRA3 مجهز به طیف‌سنج EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) و پراش اشعه ایکس (XRD، PHILIPS PW1730) با تابش Cu Kα (λ= 1.54060 A°) بررسی شد.

نتایج و بحث

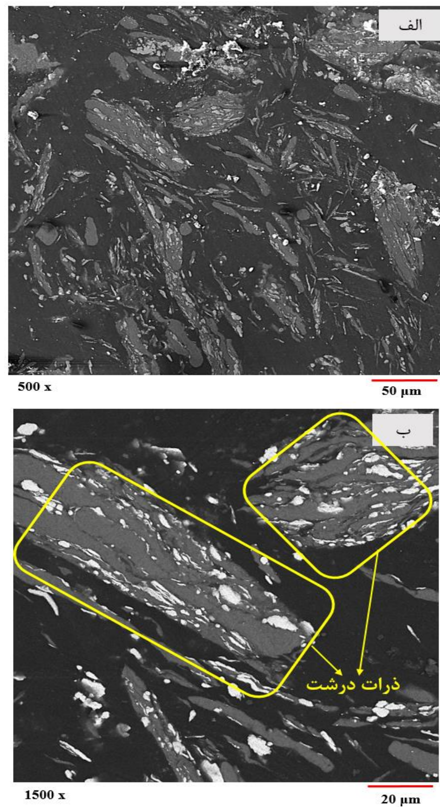
بررسی ریزساختار نمونه‌ها

شکل‌های (۲) تا (٤) به ترتیب تصاویر FESEM مورفولوژی پودرهای Al-Ni با نسبت‌های ۲ به ۱ (نمونه ۱)، ۱ به ۱ (نمونه ۲) و ۱ به ۳ (نمونه ۳) بعد از آسیاب را در دو بزرگنمایی مختلف نشان می‌دهند. پودرهای Al-Ni به این دلیل که سختی ویکرز نیکل برابر ٦۳۸ Mpa و سختی ویکرز آلومینیوم برابر ۱٦۷ MPa است، یک سیستم نرم-ترد (Ductile-Brittle system) محسوب می‌شوند. به‌طورکلی در فرایند آلیاژسازی مکانیکی سه مکانیزم اصلی تغییر شکل پلاستیک، جوش سرد و شکست بر تغییرات مورفولوژی ذرات حاکم است. تغییر شکل پلاستیک ذرات Al و تشکیل ذرات صفحه‌ای شکل، جوش سرد ذرات ورقه‌ای شکل و در نهایت شکسته شدن ذرات نیز در این تصاویر دیده می‌شود. به عبارت بهتر ذرات داکتیل و دارای مورفولوژی کروی پودر Al اولیه در اثر برخوردهای شدید گلوله‌ها بین آنها محبوس شده و تغییر شکل می‌دهند و به‌صورت لایه‌ای یا ورقه‌ای درمی‌آیند [12,13].

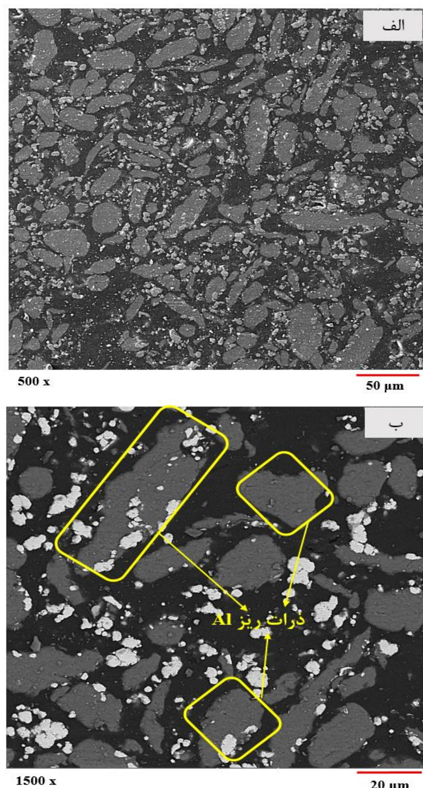
ذرات Ni که ترد هستند در اثر ضربات وارده، خرد شده و به ذرات ریزتری تبدیل می‌شوند. همچنین این ذرات به کمک گلوله‌ها آمده و باعث تغییر شکل پلاستیک Al می‌شوند؛ بنابراین

هرچه نسبت مولی Ni بیشتر می‌شود در مدت زمان یکسان آسیاب ذرات Al ریزتر شده و نفوذ Ni بهتر صورت می‌گیرد. به عبارت بهتر، حضور بیشتر ذرات سخت Ni باعث افزایش تغییر فرم موضعی Al در اطراف ذرات Ni شده و درنتیجه نرخ کارسختی آلومینیوم را افزایش می‌دهد. این مسئله سبب می‌شود تا جوش خوردن ذرات تغییر شکل یافته در زمان‌های کوتاه‌تری آغاز شود؛ زیرا برای فعال شدن مکانیزم جوش خوردن، میزان تغییر شکل ذرات و چگالی نابجایی‌ها باید به یک مقدار بحرانی برسد. به عبارتی، ذرات سخت خود مشابه گلوله‌های آسیاب می‌توانند منجر به انتقال انرژی به فاز نرم گردند. همچنین افزودن بیشتر ذرات سخت منجر به کاهش چقرمگی شکست پودرهای کامپوزیتی می‌شود [14]. به همین دلیل مکانیزم شکست در فرایند آلیاژسازی مکانیکی پودر کامپوزیتی زودتر فعال می‌شود. همان‌طورکه در شکل‌های (۲) تا (۴) نشان داده شده است، افزایش نسبت مولی Ni در مقایسه با Al سرعت کاهش اندازه ذرات را افزایش داده و سرعت نفوذ را بهبود می‌بخشد.

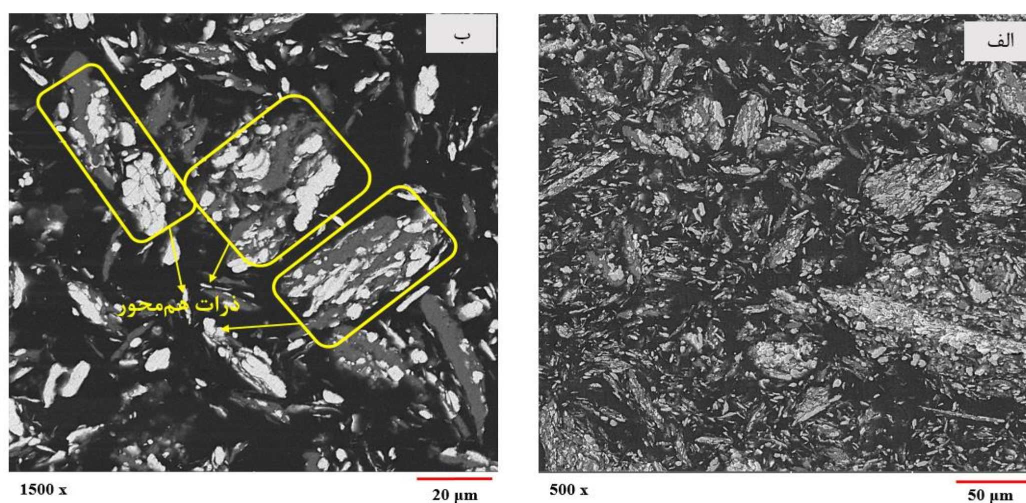
شکل‌های (۵) تا (۷) تصاویر FESEM همراه با آنالیز EDS از نمونه‌های زینتر شده ۱ تا ۳ را نشان می‌دهد که در این تصاویر نواحی روشن نمایانگر فاز Ni و نواحی تیره نمایانگر فاز Al است. در نمونه ۳ (Al-3Ni) با توجه به نتایج آنالیز EDS و نسبت مولی بیشتر Ni برای این نمونه، اکثر نواحی در ریزساختار فاز روشن است. آنالیز EDS از دو ناحیه C و D در شکل (۷-الف) گرفته شده است. درصد اتمی عناصر تشکیل‌دهنده موجود در ناحیه C، نشان‌دهنده فازی متناظر با $AlNi_3$ [15] و همچنین درصد اتمی عناصر تشکیل‌دهنده موجود در ناحیه D، نشان‌دهنده فازی متناظر با AlNi [11] است. این موضوع بیان‌کننده این است که در حین عملیات زینترینگ به‌صورت جزئی ترکیب‌های بین فلزی در نمونه Al-3Ni تشکیل شده است. درصورتی‌که این‌گونه از ترکیب‌های بین فلزی در زینتر نمونه‌های ۱ و ۲ مشاهده نشد و فقط نواحی Al و Ni وجود دارد (شکل‌های ۵ و ۶). علاوه بر این الگوی XRD گرفته شده از نمونه ۳ (شکل ۷-ی) حضور ترکیب‌های بین‌فلزی در این نمونه را تأیید می‌کند.



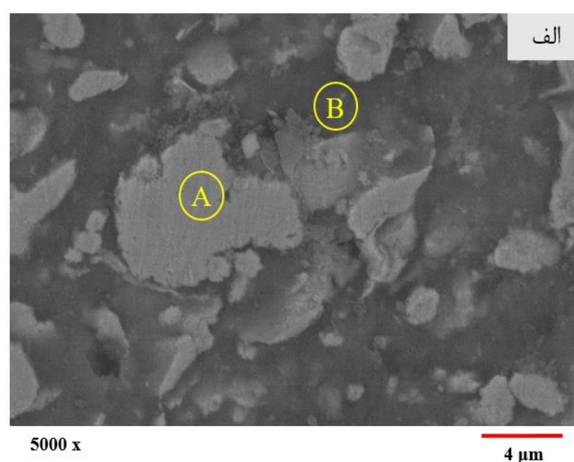
شکل ۲ تصاویر FESEM مورفولوژی نمونه ۱ حاصل از ٦ ساعت آسیاب در بزرگنمایی: (الف) x ۵۰۰ و (ب) x۱۵۰۰

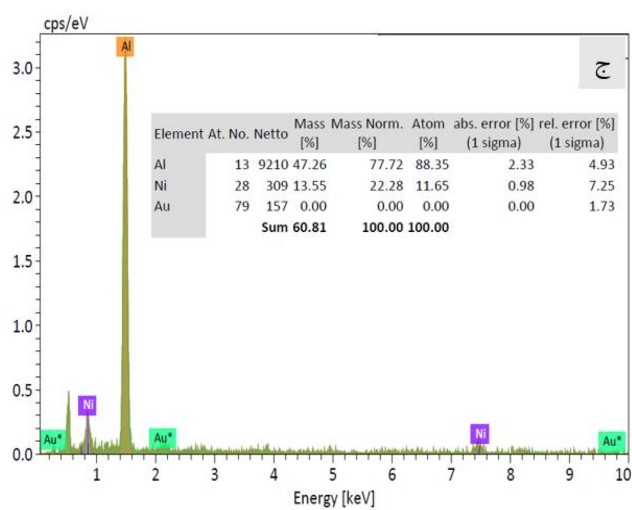


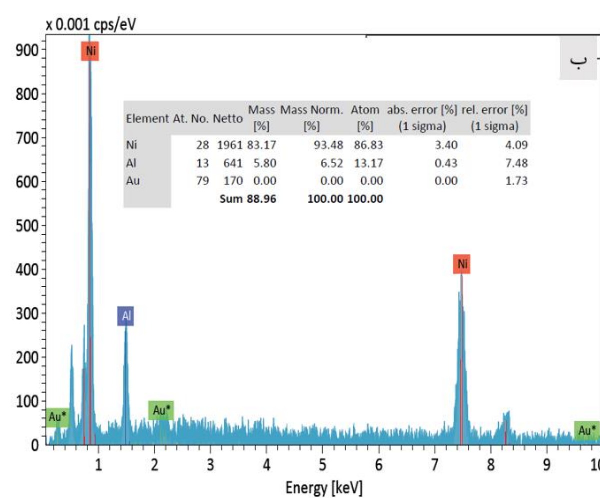
شکل ۳ تصاویر FESEM مورفولوژی نمونه ۲ حاصل از ٦ ساعت آسیاب در بزرگنمایی: (الف) x ۵۰۰ و (ب) x۱۵۰۰



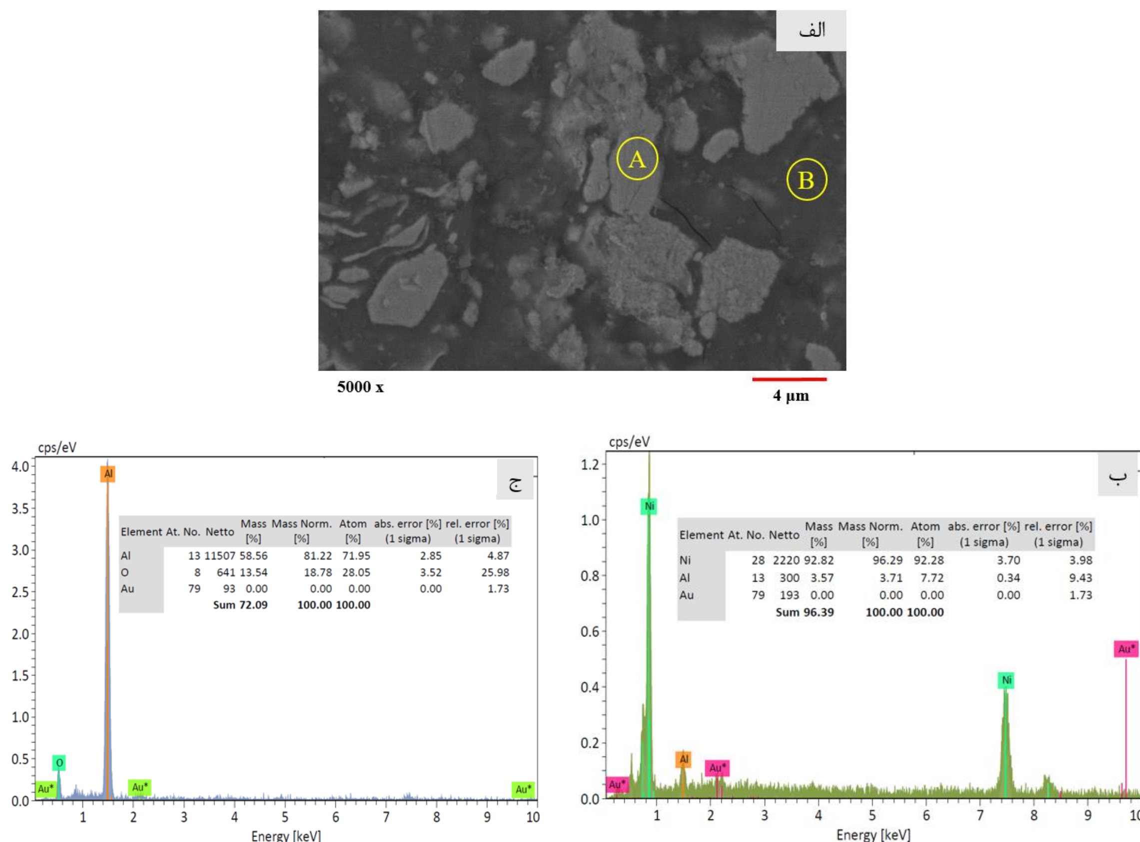
شکل ٤ تصاویر FESEM مورفولوژی نمونه ۳ حاصل از ٦ ساعت آسیاب در بزرگنمایی:
(الف) ۵۰۰ x و (ب) ۱۵۰۰x



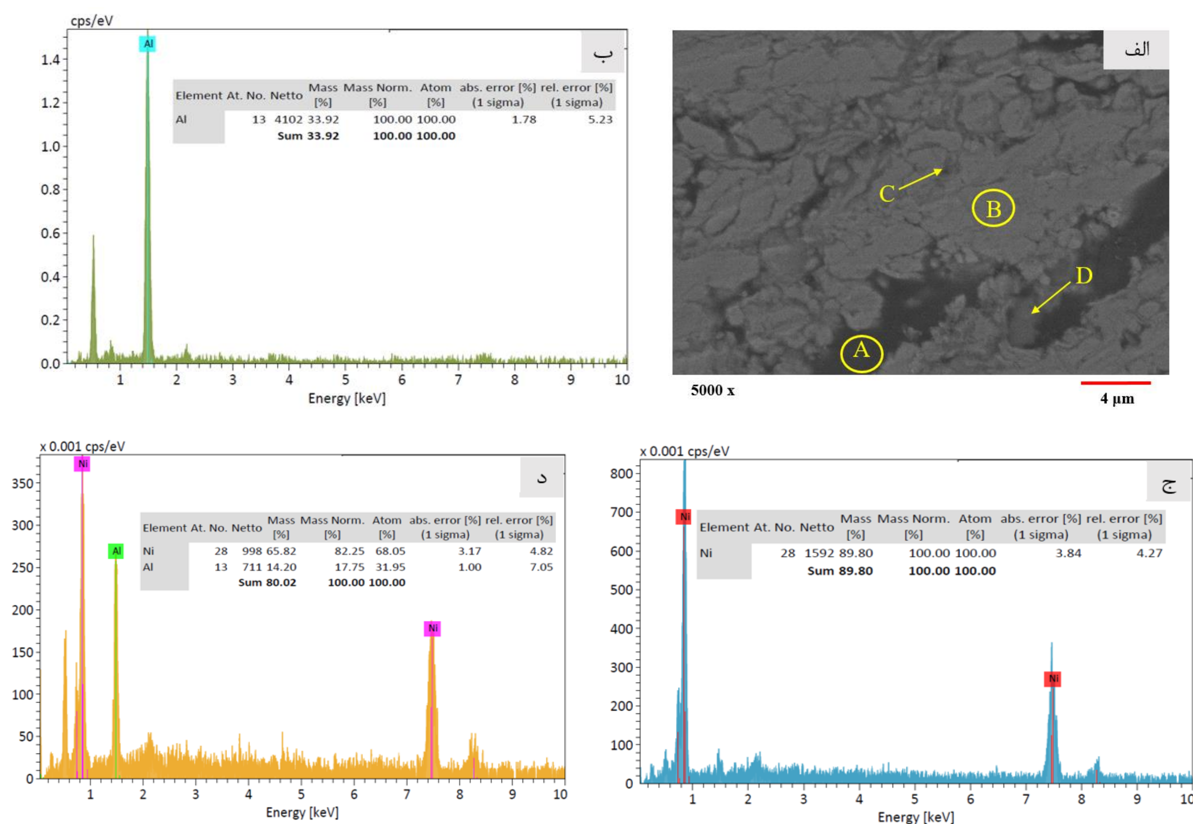


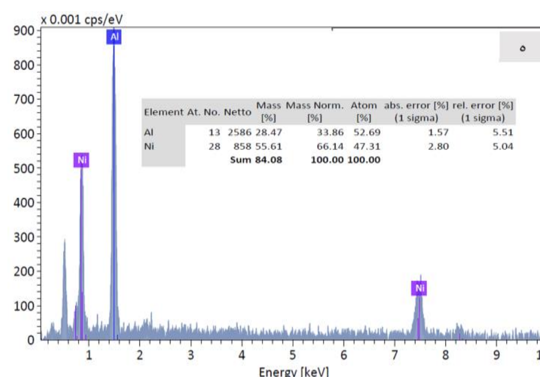


شکل ۵ (الف) تصویر FESEM از نمونه ۱، (ب) آنالیز EDS از ناحیه A و (ج) آنالیز EDS از ناحیه B

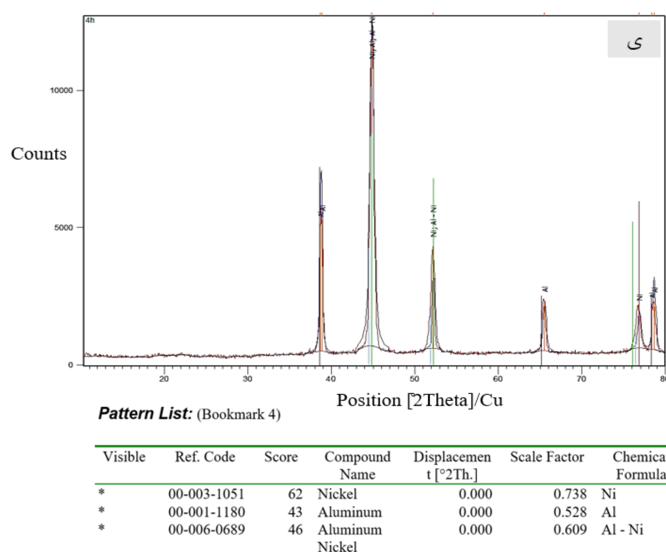


شکل ٦ (الف) تصویر FESEM از نمونه ۲، (ب) آنالیز EDS از ناحیه A و (ج) آنالیز EDS از ناحیه B





Element	At. No.	Netto	Mass [%]	Mass Norm. [%]	Atom [%]	abs. error [%] (1 sigma)	rel. error [%] (1 sigma)
Al	13	2586	28.47	33.86	52.69	1.57	5.51
Ni	28	858	55.61	66.14	47.31	2.80	5.04
		Sum	84.08	100.00	100.00		



Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	00-003-1051	62	Nickel	0.000	0.738	Ni
*	00-001-1180	43	Aluminum	0.000	0.528	Al
*	00-006-0689	46	Aluminum Nickel	0.000	0.609	Al - Ni

شکل ۷ (الف) تصویر FESEM از نمونه ۳، (ب) آنالیز EDS از ناحیه A، (ج) آنالیز EDS از ناحیه B، (د) آنالیز EDS از ناحیه C، (ه) آنالیز EDS از ناحیه D و (ی) الگوی XRD از نمونه ۳

بررسی خواص حرارتی نمونه‌ها

نتایج آزمون DTA برای نمونه‌های ۱ تا ۳ در شکل (۸) نشان داده شده است.

در نمونه ۱، دو پیک گرمازا در دمای حدود ۵۸۵ °C و ۶۳۰ °C وجود دارد. با توجه به دیاگرام فازی Al-Ni، پیک اولی به تشکیل Al_3Ni و پیک دومی به تشکیل Al_3Ni_2 مربوط می شود؛ زیرا با افزایش دما و نفوذ فازی پس تشکیل فاز Al_3Ni، شرایط ترمودینامیکی برای تشکیل یک فاز غنی‌تر از Ni فراهم می شود [16].

به‌طورکلی Al نرخ نفوذ بالاتری نسبت به Ni دارد که به اتم‌های Al اجازه می‌دهد تا به آسانی در سطح مشترک بین ذرات Al و Ni، جایی که واکنش تشکیل بین فلزی رخ می‌دهد، جمع شوند؛ بنابراین، بین فلزی اولیه تشکیل‌شده توسط واکنش Al-Ni باید Al_3Ni [15] باشد و محصول واکنش ثانویه باید Al_3Ni_2 باشد. واکنش‌ها در نمونه 2Al:Ni باید به ترتیب طبق واکنش (۱) و سپس (۲) انجام شود [16].


$$Al + Ni \rightarrow Al_3Ni \qquad (۱)$$


$$Al_3Ni + Ni \rightarrow Al_3Ni_2 \qquad (۲)$$

در نمونه ۲، یک پیک گرمازا در حدود ۶۱۵ °C وجود دارد که طبق واکنش (۳) تشکیل فاز AlNi را نشان می‌دهد.

در نمونه ۳، دو پیک همپوشان گرمازا در حدود ۶۱۵ °C و ۶٤۰ °C وجود دارد (شکل ۸-ج). با توجه به دیاگرام فازی Al-Ni، پیک اولی به تشکیل AlNi و پیک دومی به تشکیل $AlNi_3$ مربوط می شود؛ زیرا با افزایش دما و نفوذ فازی پس از تشکیل فاز AlNi با وجود مقداری Ni باقیمانده در ساختار شرایط ترمودینامیکی برای تشکیل یک فاز غنی‌تر از Ni فراهم می شود [11].

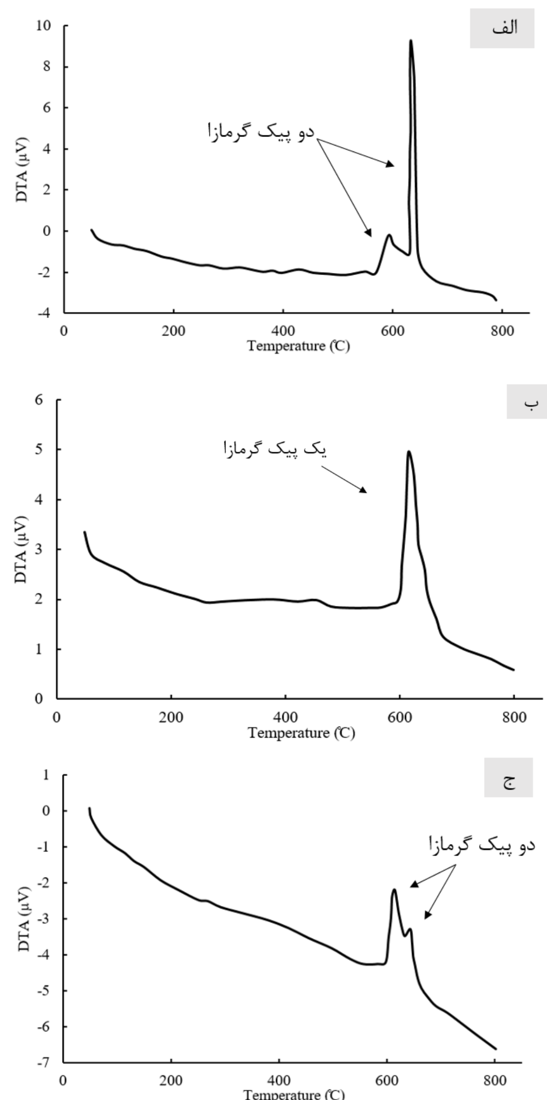

$$Al + Ni \rightarrow AlNi \qquad (۳)$$


$$Al + Ni \rightarrow AlNi_3 \qquad (٤)$$

Al می‌تواند در دماهای بالا با Ni واکنش دهد و در نهایت ترکیب‌های بین فلزی خاصی را تشکیل دهد [17]. دمای شروع واکنش سیستم Al-Ni تقریباً ٦٤٠°C است [18,19]. این دماهای شروع واکنش‌ها بالاتر از دمای زینترینگ (٤٠٠ °C) هستند؛ بنابراین، واکنش‌های بین سیستم Al-Ni در کامپوزیت‌های زینتر شده، صورت نگرفتند.

در حقیقت، پودرها به سرعت در فصل مشترک واکنش داده و ذوب می‌شوند تا AlNi را تشکیل دهند [20]. به‌طوری‌که پس از آن با نفوذ بیشتر نیکل به لایه‌های آلومینیوم منجر به تشکیل $AlNi_3$ و محلول‌های جامد دیگر می‌شوند. این موضوع همچنین توسط محصولات واکنش که به‌صورت ساختار صفحه‌ای در فصل مشترک ذرات و فواصل نفوذ زیاد آلومینیوم در ذرات نیکل حضور پیدا می‌کنند، قابل اثبات است [21]؛ بنابراین تشکیل AlNi با آنتالپی تشکیل بالای آن تسهیل می‌شود که بر نیروی محرکه

بالا، سهولت جوانه‌زنی به دلیل ساختار بلوری نسبتاً ساده و ترکیب‌های فصل مشترک که ذاتاً در غیاب سایر ترکیب‌های بین فلزی به AlNi نزدیک هستند، دلالت دارد [22]. آسیاب بیشتر بعد از زمان آسیاب بحرانی تنها باعث ایجاد ترکیب‌های اضافی می‌شود؛ که این موضوع منجر به عدم تشکیل ترکیب‌های بین فلزی در ساختار نمونه‌ها بر اثر اعمال انرژی می‌شود و هدف از تولید ساختار واکنشی را برآورده نمی‌کند [11,15]. واکنش تشکیل بین فلزی بین Al و Ni در واقع فرایند تشکیل پیوندهای فلزی و پیوندهای کووالانسی بین Al و Ni است؛ یعنی، فعالیت یا نیروی محرکه واکنش تشکیل بین فلزی، با کاهش تعداد الکترون‌های آزاد در فلز، کاهش می‌یابد [16].



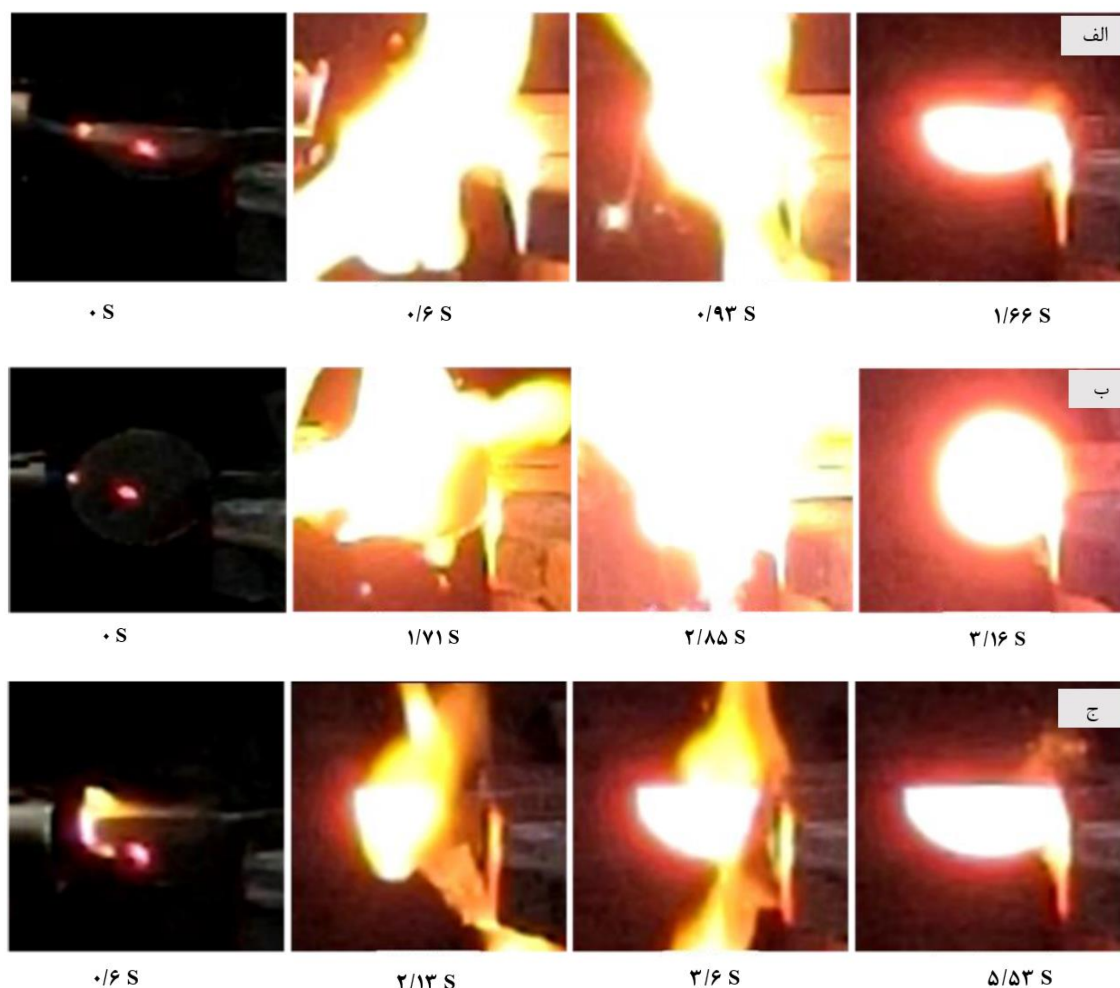
شکل ۸ نمودار DTA (الف) نمونه ۱، (ب) نمونه ۲ و (ج) نمونه ۳

بررسی احتراق نمونه‌ها

نتایج حاصل از آزمون احتراق در جدول (۱) نشان داده شده است. دمای شروع واکنش (Ignition temperature)، دمایی است که در آن واکنش گرمازا خود انتشار (SPER) (Self-Propagating Exothermic Reaction) شروع می‌شود. دمای بیشینه (Maximum temperature)، بیشترین دمایی است که نمونه در حین فرایند احتراق تجربه می‌کند. طول مدت احتراق (Ignition duration) ، زمان لازم برای شروع واکنش‌های SPER از زمان اعمال منبع حرارت‌دهی (شعله گاز پروپان) است. به عبارتی، مدت زمانی است که طول می‌کشد تا نمونه محترق شود. زمان احتراق (Ignition time) ، مدت زمانی است که واکنش SPER در حال انجام شدن است؛ به‌عبارت‌دیگر، به مدت‌زمانی که طول می‌کشد تا جبهه حرارتی کل طول نمونه را طی کند، زمان احتراق می‌گویند. سرعت سوزش هم سرعتی است که جبهه حرارتی در طول نمونه حرکت می‌کند. بیشینه دمای حاصل از واکنش نشان می‌دهد دو نمونه Al-Ni با نسبت‌های مولی ۲ به ۱ و ۱ به ۱ در مقایسه با نمونه دیگر انرژی زیادی آزاد می‌کند که علت آن وجود Al بیشتر در این دو نمونه است؛ اما در مقایسه دو نمونه ۱ و ۲، در واکنشی که محصول آن AlNi است گرمای بیشتری آزاد می‌شود [23]. بنابراین دمای بیشینه نمونه ۲ نسبت به نمونه ۱ بیشتر است. نمونه ۱ پس از گذشت ۱٤ ثانیه محترق شد و پیشرفت واکنش بعد از ۱/٦٦ ثانیه به پایان رسید، درصورتی‌که واکنش برای نمونه ۲، پس از گذشت ۸ ثانیه شروع و پیشرفت آن بعد از ۳/۱٦ ثانیه خاتمه یافت. دلیل حساسیت کم نمونه با نسبت مولی کمتر Ni، به دلیل ذرات آلومینیوم باقی‌مانده در ساختار است که به‌عنوان چاه حرارتی عمل می‌کنند. چاه حرارتی ناشی از عدم تماس گرمایی مطلوب بین ذرات است که این عدم تماس گرمایی بر اثر حفره‌های پایدار درون ساختار و عدم اتصال متالورژیکی در طول پرس سرد پودرها به وجود می‌آید.

جدول ۱ نتایج حاصل از آزمون احتراق

شماره نمونه	۱	۲	۳
دمای شروع واکنش (°C)	۲۲۳	۲۱۰	۱۹۰
دمای بیشینه (°C)	۷۷۸	۸۷۰	۷۳۰
طول مدت احتراق (s)	۱٤	۸	۵
زمان احتراق (s)	۱/٦٦	۳/۱٦	۵/۵۳
سرعت سوزش (mm/s)	۱۸/۰۷	۱٤/٤۲	۵/٤۲



شکل ۹ تصاویر ثبت شده از دوربین سرعت‌بالا در چهار زمان مختلف حین احتراق برای: (الف) نمونه ۱، (ب) نمونه ۲ و (ج) نمونه ۳

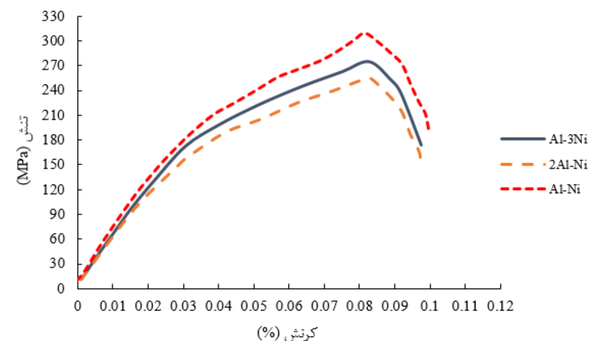
شکل (۹) تصاویر به‌دست‌آمده از دوربین سرعت‌بالا در بازه‌های زمانی مختلف برای نمونه‌های ۱ تا ۳ را نشان می‌دهد. پیشرفت جبهه حرارتی (سرعت سوزش) نمونه‌های ۲ و ۱ بسیار سریع بود، به‌طوری‌که قبل از اینکه جبهه حرارتی از میان قرص عبور کند، امکان خروج منبع شعله وجود نداشت.

علاوه بر این، نمونه ۳ یک پیشرفت واکنش ملایم با حفظ شکل اصلی را نشان داد، اما نمونه 2Al:Ni تکثیر واکنش بسیار سریعی را با پاشش ترکش در تمام جهات نشان داد (شکل ۹-الف و ۹-ب). این تفاوت‌ها در پدیده‌های انتشار ناشی از تفاوت‌های ریزساختاری باشد.

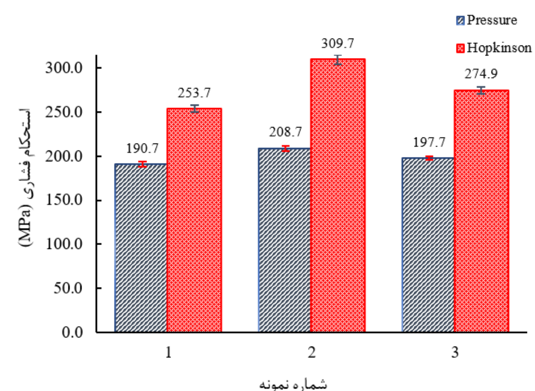
بررسی خواص مکانیکی نمونه‌ها

شکل‌های (۱۰) و (۱۱) به ترتیب منحنی تنش- کرنش حاصل از آزمون هاپکینسون و استحکام فشاری حاصل از آزمون فشار و هاپکینسون کامپوزیت‌های تهیه شده با درصدهای مختلف Ni را نشان می‌دهند. در هر دو آزمون فشار و هاپکینسون کمترین میزان استحکام مربوط به نمونه ۱ (2Al:Ni) و بیشترین میزان استحکام مربوط به نمونه ۲ (Al:Ni) است. عدم نفوذ Ni در ساختار Al در نمونه ۱ (شکل ۲) باعث تجمع Ni در مرزدانه‌ها شده و باعث می‌شود در تنش‌های کمتر در اثر تمرکز تنش نمونه دچار تخریب شود. وجود ذرات هم‌محور در نمونه ۳ باعث شده است تا ساختار استحکام مناسبی در مقایسه با نمونه ۱ ارائه دهد؛ اما وجود نیکل بیشتر رفتار ترد در ماده را افزایش داده و از تحمل بیشتر تنش ممانعت می‌کند. همچنین نمونه ۲ به علت ایجاد مورفولوژی با توزیع یکسان ذرات استحکام بهتری در مقایسه با سایر نمونه‌ها نشان داد. همچنین با مقایسه نتایج آزمون فشار با نرخ کرنش s^{-1} ۰/۰۱ و نتایج آزمون هاپکینسون با نرخ کرنش s^{-1} ۱۰۰۰ می‌توان به این نتیجه پی برد که با افزایش نرخ کرنش،

استحکام فشاری افزایش می‌یابد.



شکل ۱۰ منحنی تنش- کرنش حاصل از آزمون هاپکینسون نمونه‌ها با نسبت مولی مختلف Al-Ni



شکل ۱۱ استحکام فشاری حاصل از آزمون فشار و هاپکینسون برای نمونه‌های با نسبت مولی مختلف Al-Ni

نتیجه‌گیری

در تحقیق حاضر، تأثیر تغییر درصد ذرات تشکیل دهنده بر ریز ساختار، خواص حرارتی و مکانیکی کامپوزیت Al-Ni که به روش آسیاب مکانیکی ساخته شده بود مورد مطالعه قرار گرفت. نتایج حاصل از این تحقیق به شرح زیر است:

۱. تصاویر FESEM ایجاد ساختار یکنواخت‌تر و ریزدانه‌تر با افزایش ذرات Ni کامپوزیت حاصل در آسیاب مکانیکی را نشان داد.

۲. EDS حاصل از نمونه‌های تهیه شده وجود ترکیب‌های بین فلزی در نمونه Al-3Ni را تأیید می‌کنند. در حالی‌که در دو نمونه 2Al-Ni و Al-Ni ترکیب‌های بین‌فلزی بعد از آسیاب مکانیکی دیده نشد.

۳. نتایج آزمون DTA برای نمونه 2Al:Ni، دو پیک نسبتاً همپوشان گرمازا را در حدود ۵۸۵ °C و ۶۳۰ °C نشان می‌دهد که با توجه به دیاگرام فازی Al:Ni، پیک اولی به تشکیل Al_3Ni و پیک دومی به تشکیل Al_3Ni_2 مربوط می‌شود. برای نمونه Al:3Ni، دو پیک همپوشان گرمازا را در حدود ۶۱۵ °C و ۶۴۰ °C نشان می‌دهد که با توجه به دیاگرام فازی Al-Ni، پیک اولی به تشکیل AlNi و پیک دومی به تشکیل $AlNi_3$ مربوط می‌شود. نمونه Al-Ni نیز یک پیک گرمازا در حدود ۶۱۵ °C نشان داد که حاصل فراورده AlNi است.

۴. آزمون فشار و هاپکینسون به ترتیب برای نمونه Al-Ni استحکام فشاری ۲۰۸/۷ MPa و ۳۰۹/۷ را ارائه دادند که نسبت به نمونه‌های دیگر بیشتر بود.

۵. با مقایسه نتایج آزمون فشار با نرخ کرنش ۰/۰۱ s^{-1} با نتایج آزمون هاپکینسون با نرخ کرنش ۱۰۰۰ s^{-1} می‌توان به این نتیجه پی برد که با افزایش نرخ کرنش، استحکام فشاری افزایش می‌یابد.

مراجع

1. Totten, G. E., MacKenzie, D. S., "Handbook of Aluminum: Vol. 1: Physical Metallurgy and Processes", CRC press, (2003).
2. Arpatappeh, F. A., Azghan, M. A. and Eslami-Farsani, R., "The Effect of Stacking Sequence of Basalt and Kevlar Fibers on the Charpy Impact Behavior of Hybrid Composites and Fiber Metal Laminates", *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part C: Journal of Mechanical Engineering Science*, Vol. 234, No. 16, pp. 3270-3279, (2020).
3. Xiong, W., Zhang, X., Tan, M., Liu, C. and Wu, X., "The energy release characteristics of shock-induced chemical reaction of Al/Ni composites", *The Journal of Physical Chemistry C*, Vol. 120, pp. 24551-24559, (2016).

4. T. Sun, T., Y. Zheng, Y., Yuan, Y. and H. Wang, H., "Impact-Initiation Sensitivity of High-Temperature PTFE-Al-W Reactive Materials", *Crystals,* Vol. 12, pp. 30-40, (2022).
5. Evans, A., San Marchi, C., and Mortensen, A., "Metal matrix composites in Metal Matrix Composites in Industry", Springer, pp. 9-38, (2003).
6. Wu, J. X., Fang, X., Gao, Z. R., Wang, H. X., Huang, J. Y., Wu, S. Z. and Li, Y.C., "Investigation on Mechanical Properties and Reaction Characteristics of Al-PTFE Composites with Different Al Particle Size", *Advances in Materials Science and Engineering,* Vol. 2018, pp. 10-18, (2018).
7. Jung, S.H., Lee, K., "Effect of Microstructure Control on Reaction Characteristics in Al/Ni Reactive Powder", The 4th Research and Development Institute-2nd Directorate, Daejeon, 34060, Korea, (2017).
8. Ren, H., Liu, X., and Ning, J., "Microstructure and mechanical properties of W-Zr reactive materials", *Materials Science and Engineering: A,* Vol. 660, pp. 205-212, (2016).
9. Huang, J., Fang, X., Li, Y., Wu, J., Song, J., "Mechanical and reaction properties of PTFE/Al/MnO_2 reactive materials at different strain rates", *Adv. Mater,* Vol. 7, pp. 50-58, (2018).
10. Wu, J. X., Fang, X., Gao, Z. R., Wang, H. X., Huang, J. Y., Wu, S. Z. and Li, Y.C., "Investigation on Mechanical Properties and Reaction Characteristics of Al-PTFE Composites with Different Al Particle Size", *Advances in Materials Science and Engineering,* Vol. 2018, pp. 10-18, (2018).
11. Hadjiafxenti, A., Gunduz, I. E., Tsotsos, C., Kyratsi, T., Doumanidis, C. C. and Rebholz, C., "Synthesis of Reactive Al/Ni Structures by Ball Milling", *Intermetallics,* Vol. 18, No. 11, pp. 2219-2223, (2010).
12. Benjamin, J. S, "Mechanical alloying—A perspective", *Metal powder report,* Vol. 45, Pp. 122-127, (1990).
13. Yadav, T. P., Yadav, R. M. and Singh, D. P., "Mechanical milling: a top down approach for the synthesis of nanomaterials and nanocomposites", *Nanoscience and Nanotechnology,* Vol. 2, pp. 22-48, (2012).
14. Florez-Zamora, M., "Comparative study of Al-Ni-Mo alloys obtained by mechanical alloying in different ball mills", *Rev. Adv. Mater. Sci,* Vol. 18, Pp. 301-304, (2008).
15. Hadjiafxenti, A., Gunduz, I., Kyratsi, T., Doumanidis, C. and Rebholz, C., "Exothermic Reaction Characteristics of Continuously Ball-Milled Al/Ni Powder Compacts", *Vacuum,* Vol. 96, pp. 73-78, (2013).
16. Huang, C., Chen, J., Bai ,S., Li, S., Tang, Y., Liu, X. and Ye, Y., "Enhancement of Energy Release Performance of Al–Ni Composites by Adding CuO", *Journal of Alloys and Compounds,* Vol. 835, pp. 155-271, (2020).
17. Naiborodenko, Y. S., Itin, V., Belozerov B. and Ushakov, V., "Phases and reactive-diffusion kinetics for mixed Al-Ni powders", *Soviet Physics Journal,* Vol. 16, pp. 1507-1511, (1973).
18. White, J. D., Reeves, R. V., Son, S. F. and Mukasyan, A. S., "Thermal explosion in Al− Ni system: influence of mechanical activation", *The Journal of Physical Chemistry A,* Vol. 113, pp. 13541-13547, (2009).
19. Gasparyan, A. and Shteinberg, A., "Macrokinetics of reaction and thermal explosion in Ni and Al powder mixtures", *Combustion, Explosion and Shock Waves,* Vol. 24, pp. 324-330, (1988).
20. Herbold, E. B., Jordan, J. L. and Thadhani, N., "Effects of processing and powder size on microstructure and reactivity in arrested reactive milled Al+ Ni", *Acta materialia,* Vol. 59, pp. 6717-6728, (2011).
21. Gunduz, I. E., Fadenberger, K., Kokonou, M., Rebholz, C. and Doumanidis, C. C., "Investigations on the self

propagating reactions of nickel and aluminum multilayered foils", *Applied Physics Letters*, Vol. 93, pp. 134101, (2008).

22. Gunduz, I. E., Fadenberger, K., Kokonou, M., Rebholz, C., Doumanidis C. C. and Ando, T., "Modeling of the self-propagating reactions of nickel and aluminum multilayered foils", *Journal of Applied Physics*, Vol. 105, pp. 074903, (2009).
23. Peng, J., Chen, Y., Yuan, B. and Jin, C., "A study of impact energy release mechanism and reactive characteristic of Ni-Al-W reactive material fragments", *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 1507, pp. 26-32, (2020).